

CLIPPEDIMAGE= JP02000087243A

PAT-NO: JP02000087243A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000087243 A

TITLE: POWDER RAW MATERIAL VAPORIZING DEVICE AND PLASMA  
MOCVD DEVICE USING IT

PUBN-DATE: March 28, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

YASUI, HIDEAKI

COUNTRY

N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP10259881

APPL-DATE: September 14, 1998

INT-CL\_(IPC): C23C016/448; C23C016/18 ; C23C016/505

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stably and continuously vaporize a powder raw material.

SOLUTION: This device is provided with a raw material feeding chamber 5 having a mechanism for feeding a powder raw material 1, a raw material passage 19 through which the powder raw material 1 fed by the raw material feeding chamber 5 passes and a raw material vaporizing chamber 9 set with a raw material vaporizing stand 7 heating and vaporizing the raw material fed from the exhausting edge part of the raw material passage 19, and the temp. of the inner wall in the raw material passage 19 is set to the high one above the prescribed temp. of the raw material vaporizing stand 7.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉末原材料を供給する機構を具備した原材料供給室と、前記粉末原材料供給室により供給される前記粉末原材料が通過する原材料通路と、前記原材料通路の排出端部から供給された前記粉末原材料を加熱して気化させる原材料気化台が設置された原材料気化室を備え、前記原材料通路の内壁温度を前記原材料気化台の所定の温度以上の高い温度に設定することを特徴とする粉末原材料気化装置。

【請求項2】 粉末原材料を気化させるために原材料気化室内に設けられた原材料気化台の下部もしくは周囲より加熱されたガスを導入することを特徴とする粉末原材料気化装置。

【請求項3】 請求項1または2記載の粉末原材料気化装置を用いたプラズマMOCVD装置であって、前記原材料気化台を190～260度の範囲に温度調節し、前記原材料通路の内壁温度を270℃以上に温度調節し、前記粉末原材料としてマグネシウムアセチルアセトナートを用い、酸化マグネシウム膜を形成すること特徴とするプラズマMOCVD装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機金属化合物等からなる粉末原材料を加熱し、昇華して用いる気相成長法(MOCVD、プラズマMOCVD等)を採用して金属酸化物等の薄膜を製造する際に使用される粉末原材料気化装置およびそれを用いたプラズマMOCVD装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年における電子機器の小型軽量化及び高性能化に伴っては誘電体や磁性体、超伝導体などとして機能する金属酸化物の薄膜を作製することが行われており、この種の金属酸化物薄膜を作製するに際しては、真空度が比較的低い条件下でも高品質薄膜を高速度で作製することができ、かつ、コストを考慮したうえでの量産性にも優れた気相成長法(MOCVD法、プラズマMOCVD法)を採用するのが一般的となっている。

【0003】そして、このMOCVD法にあっては、飽和蒸気圧が高くて常温下では気体または液体である原材料を用いたうえで金属酸化物薄膜を作製することが行われているが、MgOなどの誘電体やY-Ba-Cu-O系高温超伝導体などのような金属酸化物薄膜を作製する場合には、飽和蒸気圧が低くて常温下では固体の原材料を気化させたうえで金属酸化物薄膜を作製する必要があるとされている。

【0004】従来、固体である原材料を気化させる際には、例えば図2に示すような粉末原材料気化装置が使用されることになる。この粉末原材料気化装置は、粉末原材料1を蓄える原材料供給容器2と原材料供給装置3とキャリアガス供給系4を具備した原材料供給室5と、原

材料供給室5から供給される粉末原材料1が通過する原材料通路6と、この原材料通路6の排出端部から供給された粉末原材料1を加熱して気化させる原材料気化台7及び原材料気化台7を回転させる原材料気化台回転機構8を具備した原材料気化室9とから粉末原材料気化装置は構成される。

【0005】そして、原材料気化台7で気化した原材料ガスは、キャリアガスによって原材料ガス供給系10を通過して、基板11、基板加熱ホルダ12、プラズマ発生用電極13、排気系14、RF電源15を具備した成膜室16に供給される。また、成膜室16には反応ガス供給系17により反応ガスも供給される。

【0006】本装置により以下のように粉末原材料1を気化し、成膜室16へ供給し、成膜が実施される。粉末原材料1が原材料供給容器2に充填された後、原材料供給室5、原材料気化室9は原材料通路6、原材料ガス供給系10を通じて、成膜室16に具備された排気系14により1Pa以下の真空度まで真空排気される。

【0007】所定の真空度に達した後、原材料気化台7、原材料気化室9内壁、原材料ガス供給系10を所定の温度に加熱する。このとき原材料通路6は加熱すると、粉末原材料1を供給した際、原材料通路6で気化してしまうため、未加熱であるが、原材料気化台7、原材料気化室9から輻射、熱伝導により若干温度上昇はしている。また、基板11、成膜室16内壁、反応ガス供給系17も加熱する。

【0008】所定の温度に加熱されたら、キャリアガス供給系4より未加熱の窒素ガスを供給、反応ガス供給17系より酸素ガスを供給する。そして成膜室16の排気系14により成膜室16の圧力を所定の圧力に調整する。

【0009】以上の設定の後、原材料供給装置3を駆動させ原材料供給容器2から粉末原材料1を所定の速度で供給する。原材料供給容器2から落とされた粉末原材料1は原材料通路6を通り、原材料気化室9内の原材料気化台7に供給される。

【0010】原材料気化台7で加熱され気化した原材料ガスはキャリアガス供給系4からの窒素ガスにより原材料ガス供給系10を通り成膜室16へ運ばれ、プラズマ18および基板11の表面温度の作用で基板11上に薄膜が形成される。

## 【0011】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら前記従来の粉末原材料気化装置においては、原材料気化室9において原材料気化台7で加熱され気化した原材料ガスの一部は、原材料通路6の排出端近傍に拡散する。原材料通路6は加熱されていないため、原材料ガスは原材料通路の内壁、外壁の表面で冷却され固着する。また、固着により、原材料粉1が原材料通路6を通過する際、内壁で引っかかりやすくなり、安定して連続的に原材料気化台

7に粉末原材料1の供給が行えなくなるため、安定した成膜が行えなくなる。

【0012】また、粉末原材料1を気化させる原材料気化台回転機構8を具備した原材料気化台7は、回転するため、ゴム等を材質としたオイルシールにより原材料気化室9と大気側の機密性を保持している。このオイルシールは熱に弱いので、原材料気化台7からの熱伝導を除去するため周囲より冷却されており、このため原材料気化台7がシールされている原材料気化室9の壁付近は常温に近い温度で保持されている。

【0013】このため、気化した原材料ガスが、拡散し、シール部近傍に拡散したものは原材料気化台7、および原材料気化室9の温度が低いシール部近傍で冷却され、固体に戻り固着する。これが続くと、シール部の損傷によるリーク、原材料気化台回転機構の損傷を招き、粉末原材料気化装置の安定な運転ができなくなる。またこれは、成膜室に供給される原材料ガスの現象につながり利用効率が低くなる。

【0014】本発明は、この点に鑑みなされたもので、安定して連続的に原材料ガスを発生させることが可能であり、また原材料の利用効率を高め、基板上に均一な金属酸化物を成膜することができる粉末原材料気化装置の提供を目的としている。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明の粉末原材料気化装置は、粉末原材料を供給する機構を具備した原材料供給室と、粉末原材料供給室により供給される粉末原材料が通過する原材料通路と、原材料通路の排出端部から供給された前記原材料を加熱して気化させる原材料気化台が設置された原材料気化室を備え、原材料通路の内壁温度を原材料気化台の所定の温度以上の高い温度に設定することを特徴とする。

【0016】また、粉末原材料を気化させるために原材料気化室内に設けられた原材料気化台の下部もしくは周囲より加熱されたガスを導入することを特徴とする。

【0017】また、本発明の上記粉末原材料気化装置を用いたプラズマMOCVD装置は、原材料気化台を190～260度の範囲に温度調節し、原材料通路の内壁温度を270℃以上に温度調節し、粉末原材料としてマグネシウムアセチルアセトナートを用い、酸化マグネシウム膜を形成すること特徴とする。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。図1は本発明の粉末原材料気化装置の要部構成とその工程を示す概略断面図である。従来と同じ、構成要素には同一番号を付加する。

【0019】図1に示すように、粉末原材料1を供給する原材料供給容器2と原材料供給装置3とキャリアガス供給系4を具備した原材料供給室5と、原材料供給室5から供給される粉末原材料1が通過する加熱機構を具備

した原材料通路19と、この原材料通路19の排出端部から供給された粉末原材料1を加熱して気化させる原材料気化台7、原材料気化台回転機構8、キャリアガス供給系(2)20を具備した原材料気化室9とから粉末原材料気化装置は構成される。

【0020】また、粉末原材料気化装置から供給される原材料ガスおよびキャリアガスは原材料ガス供給系10により、基板11、基板加熱ホルダ12、プラズマ発生用電極13、排気系14を具備した成膜室16に供給される。また、同時に反応性ガス供給系10により反応性ガスも供給される。

【0021】本装置により以下のように粉末原材料としてマグネシウムアセチルアセトナートを用いて酸化マグネシウム膜をプラズマMOCVD法により形成する場合について説明する。

【0022】粉末原材料1(マグネシウムアセチルアセトナート)を原材料供給容器2に充填した後、原材料供給室5、原材料気化室9は原材料ガス供給系10を通じて、成膜室16の排気系14により1Pa以下の真空度まで真空排気される。

【0023】本実施例では、成膜室16の排気系14により真空排気するが、原材料ガス供給系10を閉じて、成膜室16の排気系14とは別に真空排気系を原材料気化室9に設置して真空排気しても良い。所定の真空度に達した後、原材料気化台7、原材料気化室9内壁、原材料ガス供給系10、成膜室16内壁を200℃に加熱する。

【0024】このとき、加熱機構を具備した原材料通路19の温度を原材料気化台7の温度より80℃高い280℃に設定する。また、基板11は、基板加熱ホルダにより400℃、成膜室16内壁は200℃に加熱する。さらに、キャリアガス供給系(2)20および反応性ガス供給系17の配管も200℃に加熱する。

【0025】所定の温度に加熱保持したら、キャリアガス供給系4より未加熱の窒素ガスを50ccm、キャリアガス供給系(2)20より配管温度により加熱された窒素ガス20ccm、反応ガス供給系17より配管温度により加熱された酸素ガスを100ccm供給する。そして成膜室16の排気系14により成膜室16の圧力を100Paに調整する。

【0026】以上の設定の後、原材料供給装置3を駆動させ原材料供給容器2から粉末原材料1を1g/分の速度で供給する。原材料供給容器2ら落とされた粉末原材料1は加熱機構を具備した原材料通路19を通り、原材料気化室9内の原材料気化台7に供給される。このとき原材料通路19の内壁温度を、原材料気化台7の設定温度より高い280℃としているため、原材料通路19に粉末原材料1が落とされたとき粉末原材料1はすぐ気化せず、原材料通路19内壁との摩擦で落ちることを妨げられることなく、弾むようにして、原材料気化台7に供

給される。

【0027】これは、熱した熱い鉄板に水滴を落とすと弾いて蒸発しにくくなる現象のように、粉末原材料の表面は気化したガスにつつまれ、内部は気化しにくくなっているためと考えられる。

【0028】このように推察される現象により、粉末原材料1は原材料通路19で妨げられることなく、原材料気化台7に供給される。原材料気化台7の温度は原材料通路19の温度より低く設定しているため、温度が高くない鉄板に水滴を落としたとき水滴が鉄板上に広がり、すぐ気化するように、原材料気化台7に上で気化していく。

【0029】また、原材料通路19は原材料気化台7より温度を高く設定しているため、原材料気化台7で気化した原材料ガスが原材料通路19近傍に拡散しても固着することはない。

【0030】原材料気化台7による加熱で気化した原材料ガスは、成膜室16の排気系14の真空排気、およびキャリアガス供給系4、キャリアガス供給系(2)20により供給される窒素により成膜室16へ安定して連続的に送られる。このとき従来は気化したガスは拡散し、原材料気化台回転機構8のシール部等の温度の低い部分に固着し、安定な原材料気化台の駆動および原材料の利用効率が悪かったが、キャリアガス供給系(2)20が原材料気化台7の下部にキャリアガスを供給するため、原材料気化台7により気化した原材料ガスは原材料気化7台下部に拡散せずに、効率よく成膜室16に供給される。

【0031】安定して連続的に供給される原材料ガスは成膜室16において反応性ガスとともに、プラズマ発生用電極13により発生したプラズマ18および加熱された基板11との作用で、基板11上に酸化マグネシウム膜を形成できる。

【0032】なお、本実施例においては反応ガスを原材料ガスを供給する供給系とは別に設けて成膜室16へガスを供給したが、成膜室へ供給する前に原材料ガスと反

応ガスを混合してから供給しても良い。

【0033】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、原材料通路の内壁温度を原材料気化台の所定の温度以上の高い温度に設定すること、また、粉末原材料を気化させるために原材料気化室内に設けられた原材料気化台の下部もしくは周囲より加熱されたガスを導入することにより、安定して連続した原材料ガスの供給が実現でき、また発生した原材料ガスを無駄なく、成膜部へ供給できるため、安定した膜の製造を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態にかかる粉末原料気化装置の全体構成を簡略化して示す縦断面図

【図2】従来の粉末原料気化装置の全体構成を簡略化して示す縦断面図

【符号の説明】

- 1 粉末原材料
- 2 原材料供給容器
- 3 原材料供給装置
- 4 キャリアガス供給系(1)
- 5 原材料供給室
- 7 原材料気化台
- 8 原材料気化台回転機構
- 9 原材料気化室
- 10 原材料ガス供給系
- 11 基板
- 12 基板加熱ホルダ
- 13 プラズマ発生用電極
- 14 排気系
- 15 RF電源
- 16 成膜室
- 17 反応ガス供給系
- 18 プラズマ
- 19 加熱機構を具備した原材料通路
- 20 キャリアガス供給系(2)

[illegible]

The diagram illustrates a plasma CVD apparatus. On the left, a raw material supply system includes a raw material supply container (2) with a funnel-shaped raw material supply device (3) inside a raw material supply chamber (5). A carrier gas supply system (4) is connected to the bottom of the chamber. A raw material supply passage (6) leads from the chamber to a raw material pyrolysis chamber (9). A raw material pyrolysis device (7) is mounted on a raw material pyrolysis rotation mechanism (8). A raw material gas supply system (10) is connected to the top of the pyrolysis chamber. On the right, a plasma generation system consists of a plasma generation electrode (13) connected to an RF power source (15), and a plasma (18) is generated between the electrode and a substrate (11). The substrate is held by a substrate heating holder (12). A plasma polymer film is deposited on the substrate. A gas exhaust system (14) is connected to the side of the plasma generation chamber. A gas supply system (16) is connected to the top of the plasma generation chamber. A gas supply passage (17) is connected to the top of the raw material gas supply system.